
Validación parcial de un método analítico para la determinación de bifenilos policlorados (PCBs) en aceites de transformadores usando la cromatografía gaseosa y Aroclor 1254

Margie Zorrilla Velazco^a, Petra G. Velazco Pedroso^a, Gretel Villanueva Ramos^b, Herman Vanlangehove^c

^aCentro de Estudio de Química Aplicada. Universidad Central de Las Villas. Carretera a Camajuaní Km 5 ½ Santa Clara. CP 54830, Villa Clara, Cuba. ^bDepartamento de Ingeniería Química. Universidad Central de Las Villas. Carretera a Camajuaní Km 5 ½ Santa Clara. CP 54830, Villa Clara, Cuba.

^cLaboratorio EnVOC, Facultad de Bioingeniería, Universidad de Gante, Bélgica.

Partial validation of an analytical method for determination of polychlorinated biphenyls (PCBs) in transformer oil using gas chromatography and Aroclor 1254

Validació parcial d'un mètode analític per a la determinació de bifenils policlorats (PCB) en olis de transformadors utilitzant la cromatografia gasosa i Aroclor 1254

Recibido: 29 de abril de 2011; aceptado: 19 de septiembre de 2011

RESUMEN

En el trabajo se presentan los resultados obtenidos durante el desarrollo y validación parcial de un método analítico para la determinación de Bifenilos Policlorados (PCBs) presentes en aceites de transformadores. El método consiste en una extracción líquido-líquido de los PCBs del aceite usando n-hexano como disolvente y la posterior determinación por cromatografía gaseosa con detección de ionización por llama. La validación se realizó utilizando un estándar secundario de Aroclor 1254, con el que se prepararon disoluciones a siete niveles de concentración comprendidos entre 10 y 1000 µg/mL para evaluar la linealidad del sistema y del método. La curva de calibración obtenida presenta un comportamiento lineal en todo el intervalo de concentraciones con un coeficiente de correlación R^2 igual a 0.9992. El método demostró buena precisión a través de la repetibilidad en la inyección, con coeficientes de variación inferiores al 5 %, buena exactitud y elevados porcentajes de recuperación. El límite de detección fue menor que 20 µg/mL. Finalmente, el método validado se utilizó en la determinación de la concentración de PCBs en muestras de aceite procedentes de transformadores en desuso.

Palabras clave: Bifenilos Policlorados, Cromatografía gaseosa, PCBs.

SUMMARY

In this paper are presented the obtained results in the development and partial validation of an analytical method for determination of PCBs present in transformer oils. The

method is based in the PCBs liquid-liquid extraction from oil transformer using n-hexane as solvent and the later determination of PCBs for gas chromatographic with flame ionization detector. Aroclor 1254 was used as secondary standard. To evaluate the linearity of the system and the method seven dissolutions between 10 and 1000 µg/mL of concentration were prepared. The resulting calibration curve presents a lineal behavior in the studied interval of concentration with a correlation coefficient R^2 of 0.9992. The method shows a good reproducibility in the injection with a variation coefficient smaller than 5%, good exactitude and high recuperation percent. The detection limit was smaller than 20 µg/mL. Finally, the method validated was used for the determination of PCBs concentration in oil samples from out of service transformers.

Keywords: Polychlorinated Biphenyls, Gas Chromatography, PCBs.

RESUM

En el treball es presenten els resultats obtinguts durant el desenvolupament i validació parcial d'un mètode analític per a la determinació de Bifenils Policlorats (PCB) presents en olis de transformadors. El mètode consisteix en una extracció líquid-líquid dels PCBs de l'oli usant n-hexà com dissolvent, i la posterior determinació per cromatografia gasosa amb detecció per ionització de flama. La validació es va realitzar utilitzant un estàndard secundari de Aroclor 1254, amb el qual es van preparar dissolucions a set ni-

* Autor para la correspondencia: margiezv@uclv.edu.cu
Telf.: (53) (42)-281510. Fax: (53) (42)-81608

vells de concentració compresos entre 10 i 1000 mg / mL per a tal d'avaluar la linealitat del sistema i del mètode. La corba de calibratge obtinguda presenta un comportament lineal en tot l'interval de concentracions amb un coeficient de correlació R^2 igual a 0,9992. El mètode va demostrar bona precisió a través de la repetibilitat en la injecció, amb coeficients de variació inferiors al 5%, bona exactitud i elevats percentatges de recuperació. El límit de detecció va ser inferior a 20 µg / mL. Finalment, el mètode validat es va utilitzar en la determinació de la concentració de PCBs en mostres d'oli procedents de transformadors en desús.

Paraules clau: Bifenils Policlorats, Cromatografia gasosa, PCB.

INTRODUCCIÓN

El término bifenilos policlorados, o PCBs, hace referencia a una clase de productos químicos orgánicos de síntesis que, en gran medida, son químicamente inertes. La primera síntesis de PCBs fue realizada por Schmitt-Schulz en Alemania en 1881, y se inició la producción industrial para su uso comercial, por la empresa Monsanto en 1929. La molécula de PCB fue producida por medio de un proceso químico que liga los átomos de cloro a una molécula de bifenilo. (López y col, 2001)

Su fórmula química es $C_{12}H_{(10-n)}Cl_n$ en la que n representa el número de átomos de cloro entre uno y diez, que incluye a todos los compuestos con una estructura de bifenilo (es decir, dos anillos de benceno enlazados entre sí que están clorados en grados diversos). En teoría existe un total de 209 congéneres de PCBs posibles, pero de ellos solo unos 130 pueden encontrarse en productos comerciales. Los PCBs han tenido multitud de aplicaciones, muchas de las cuales aún se mantienen, por ejemplo: como líquidos dieléctricos de equipos eléctricos, líquidos de transferencia en operaciones mecánicas, plastificantes, lubricantes, tintas y revestimientos de superficies. Su presencia se manifiesta en sistemas cerrados, parcialmente cerrados y abiertos. Estas designaciones hacen referencia a la facilidad con que un producto que contenga PCBs puede pasar al entorno. (UNEP, 1999)

Actualmente, debido a los riesgos que presenta para el medio ambiente y la salud la utilización de los PCBs, está prohibida su fabricación y comercialización y sus usos han sido restringidos, permitiéndose sólo seguir utilizando transformadores y condensadores con PCBs hasta el final de su vida útil. A pesar de estas regulaciones, grandes cantidades de PCBs, materiales y residuos contaminados con los mismos, sobre todo transformadores y condensadores, se encuentran aún en muchos lugares de trabajo, generando un grave riesgo para la salud de los trabajadores y el medio ambiente.

Para la correcta gestión de estos residuos peligrosos el primer paso es la identificación del contenido de PCBs en los mismos. La determinación cuantitativa de los PCBs se lleva a cabo principalmente por técnicas cromatográficas, y para aceites de transformadores con bajo contenido de PCBs se requiere un tratamiento previo de la muestra, que consiste en un procedimiento de extracción a partir de la muestra de la parte lipófila, procedimiento que puede llevarse a cabo mediante microextracción en fase sólida, extracción sólido - líquido, Soxhlet, disco de fase sólida o microondas y posteriormente un proceso de limpieza para

eliminar las interferencias el que puede llevarse a cabo mediante cromatografía de permeación en gel (GPC), Florisil o ácido sulfúrico concentrado. Este análisis propiamente dicho se lleva a cabo mediante un cromatógrafo de gases con detector de captura electrónica (GC-ECD), con detector de masas (GC-MS) o HPLC. <http://www.ats-dr.cdc.gov/toxprofiles/tp17-c7.pdf>. Para análisis de rutina de muestras de PCBs en diferentes matrices como suelo, agua y aceite se propone el método de determinación que usa la cromatografía gaseosa con detector de captura electrónica. (Renan, 2002)

La EPA (Environmental Protection Agency, por sus siglas en inglés) registra dos métodos para la determinación de PCBs en aceites de transformadores:

1. EPA-600/4-81-045, 1982. The Determination of Polychlorinated Biphenyls in Transformer Fluid and Waste Oils.
2. EPA-SW-846 Method 9079, 1996. Screening Test Method for Polychlorinated Biphenyls in Transformer Oil.

Otros países, sin embargo, han editado sus propias normas para la determinación de PCBs en líquidos aislantes empleado la cromatografía gaseosa con detector de captura electrónica un ejemplo es la Norma CISCOE 03/10/00, para Colombia.

Finch y Mahon (Finch, 1990; Mahon y col., 2002) proponen métodos más rápidos, sencillos y económicos para la determinación de PCBs en los aceites de transformadores, uno de ellos es el L2000 PCBs Analyzer, que puede ser usado en el campo o en el laboratorio y es efectivo en un intervalo de 5 a 5000 ppm de PCBs, aunque la determinación por esta vía puede dar un falso positivo debido a que junto con los PCBs a los aceites se le adicionan muchas veces otras sustancias que contienen cloro en su estructura, para disminuir su viscosidad.

Los métodos de determinación descritos anteriormente se utilizan para el análisis de muestras que poseen bajos contenidos de PCBs y requieren tratamientos previos empleando engorrosos procedimientos de separación, reactivos químicos costosos y la mayoría utiliza la cromatografía gaseosa acoplada a un detector de captura electrónica (detector más selectivo para compuestos clorados), detector de masas o la cromatografía líquida de alta eficacia, lo que representa una desventaja para su utilización en muestras que contienen altas concentraciones de PCBs que pueden ser determinadas con un procedimiento sencillo y un detector de ionización por llama (FID).

Por lo tanto, el objetivo de este trabajo estuvo encaminado a implementar un método analítico para identificar y cuantificar los PCBs en muestras de aceites de transformadores y residuos de aceites con altos contenidos de PCBs usando la cromatografía gaseosa con detector de ionización por llama y el Aroclor 1254 como estándar.

MATERIALES Y MÉTODOS

Análisis de PCBs

Para la cuantificación de los PCBs se usó un cromatógrafo gaseoso Agilent 7890A equipado con un detector de ionización por llama (FID) y una columna de 5% fenilpolixilosano (HP-5) de 30 m de largo x 320µm de ancho, con un diámetro interior de 0,25 µm. Las condiciones experimentales del cromatógrafo gaseoso fueron las siguientes: Nitrógeno como gas portador a 4 mL/min; temperatura

de inyección, 250°C y temperatura del detector, 300°C. El horno se programó de la siguiente manera: la temperatura inicial de 110°C se sostiene por 1 min.; después se aumenta hasta 180°C a razón de 5°C/min.; posteriormente se eleva a 230°C a razón de 2°C/min y por último a una velocidad de 5°C/min hasta 280°C. La inyección se realizó en modo de flujo sin división y se empleó 1 µL de muestra.

Soluciones estándar

Fueron preparadas disoluciones en n-hexano (grado pesticida) a concentraciones de 5, 25, 50, 100, 250, 500 y 1000 µg/mL a partir del estándar de Aroclor 1254 suministrado por Sigma-Aldrich.

El congéner 52 (2, 2', 5, 5'- tetraclorobifenilo) fue tomado como "estándar interno" para determinar el tiempo de retención relativo (RRT).

PCBs seleccionados para la calibración

Para la calibración se seleccionaron nueve picos cromatográficos que representan a los congéneres de PCBs más intensos y mejor resueltos en el estándar de Aroclor 1254. La integración se realiza de forma manual.

Control de la calidad del método

Los parámetros utilizados en la validación parcial del método analítico fueron: linealidad, límite de detección (LoD) y límite de cuantificación (LoQ), precisión (repetibilidad en la inyección) y reproducibilidad intermedia.

a) Linealidad: Para el estudio de la linealidad del método fue seleccionado el intervalo de concentración de 5 a 1000 (µg/mL) de Aroclor 1254. Al realizar la integración de los picos resultantes a estas concentraciones se obtiene como señal analítica el área bajo la curva, que se representa gráficamente en función de las concentraciones de cada disolución y se obtiene la curva de calibración con la que se determinan los parámetros de la ecuación de la recta de mejor ajuste.

b) El LoD y LoQ fueron calculados a partir de las ecuaciones de Vogelgesang y Hädrich (1) y (2) reportadas por Robles (Robles, H. y col., 2005), teniendo en cuenta los datos obtenidos en la curva de calibración.

$$(1) \quad LoD = \frac{(y_{crit} - a)}{b} \quad y$$

$$y_{crit} = a + S_y t_{f;\alpha} \sqrt{1 + \frac{1}{n} + \frac{\bar{x}^2}{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}}$$

Donde: (y_{crit}) señal de área crítica, (a) intercepto y (b) pendiente de la curva de calibración, ($t_{f;\alpha}$) distribución de t con $f = n - 2$ dl y $\alpha = 0,05$, valor medio de la concentración de todos los análisis y S_y error estándar del modelo de regresión.

$$(2) \quad LoQ = \frac{(y_{DMT} - a)}{b} \quad y$$

$$y_{DMT} = \bar{y} + b[2LoD - \bar{x}] + S_y t_{f;\alpha} \sqrt{1 + \frac{1}{n} + \frac{2LoD - \bar{x}}{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}}$$

Donde y_{DMT} es el punto más bajo de la distribución gaussiana cercana a $2LoD$ y valor medio de los valores respuestas de los análisis.

c) Para estimar la estabilidad del tiempo de retención (TR) se evalúa la movilidad del tiempo de retención (MRT) mediante el coeficiente de variación del tiempo de retención (CV, %) tanto para el estándar interno (E. I) como para el resto de los nueve congéneres seleccionados. A cada una de las determinaciones se le realizaron tres réplicas. Storr-

Hansen, 1993 establece un valor de tolerancia permitida del coeficiente de variación para PCBs de 0.02% y del 1% para el estándar interno.

El tiempo de retención relativo (RRT) es definido como la relación entre el RT de cada congéner y el estándar de referencia (SR) según la ecuación 3.

$$(3) \quad RRT = \frac{RT_c}{RT_{SR}}$$

donde: RT_c es el tiempo de retención del congéner y RT_{SR} el tiempo de retención del estándar de referencia.

El RRT obtenido de esta forma fue comparado con el promedio de cada una de las determinaciones (ecuación 4).

$$(4) \quad \overline{RRT} = \sum_{i=1}^n \frac{RRT}{n}$$

La desviación del RRT se obtiene mediante la diferencia entre las ecuaciones 3 y 4. Van Hoof y Hsieh (Van Hoof y Hsieh, 1996) establecen que diferencias mayores de ± 0.02 implican que el congéner presenta gran movilidad y que además su cuantificación no es representativa.

d) Para la repetibilidad en la inyección se utiliza el punto de concentración 250 µg/mL y se inyecta la muestra tres veces para posteriormente determinar el promedio del área bajo la curva para los nueve picos cromatográficos integrados manualmente y referidos al tiempo de retención relativo del congéner 52 (2, 2', 5, 5'- tetraclorobifenilo) que aparece a los 15 minutos aproximadamente.

La repetibilidad en la inyección se evaluó mediante la determinación de la desviación estándar relativa (RSD) a partir del valor de la desviación estándar (S) y la media aritmética de cada una de las determinaciones (según la ecuación 5).

$$(5) \quad RSD (\%) = \left(\frac{S}{\bar{x}} \right) \times 100$$

Como criterio de aceptación se adoptó un valor límite para la RSD de 5 %.

e) Precisión (*Reproducibilidad intermedia*). Para el estudio de reproducibilidad intermedia se realizaron 10 determinaciones de un punto de la curva de calibración (concentración de 500 µg/mL) en diferentes días, con el mismo instrumento y por el mismo analista. Se realizó un análisis de varianza (ANOVA) para determinar el efecto de cada uno de los días por separado y se calculó, para las n determinaciones en los dos días, la media, la desviación estándar y el coeficiente de variación. A partir de este análisis se determinó si existen diferencias significativas entre los resultados obtenidos para los dos días usando el criterio de Fisher, y la homogeneidad de la varianza en cada día por separado a partir del criterio de Cochran. (CEMCED, 2007), de la siguiente forma:

1. Si $F_{cal} < F_{tab}$, se puede concluir que los resultados obtenidos en los diferentes días no difieren entre sí y el método es preciso.
2. Si $G_{cal} < G_{tab}$, la variación del método puede considerarse igual para los intervalos considerados y es un criterio a favor de la precisión del mismo.
3. Si el coeficiente de variación es menor del 5% hay reproducibilidad.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la Figura 1 se presenta el cromatograma obtenido para la disolución de Aroclor 1254 de concentración igual a 500 $\mu\text{g/mL}$, donde se observa la elución de 40 picos cromatográficos, 21 de los cuales presentan una intensidad mayor que 1% del área total por tanto estos representan el área de integración del registro cromatográfico. Usando la biblioteca NIST02 del software Chemstation fueron identificados los compuestos de la mezcla estándar del Aroclor 1254.

a)Linealidad: Se realiza el cromatograma de cada uno de los patrones previamente preparados (5, 10, 25, 50, 100, 250, 500, 1000 $\mu\text{g/mL}$) con tres réplicas para cada concentración. Para la obtención de la curva de calibración con el Aroclor 1254 se seleccionaron nueve picos los cuales fueron integrados manualmente. En la Figura 2 se muestran los picos seleccionados con sus respectivos tiempos de retención y áreas.

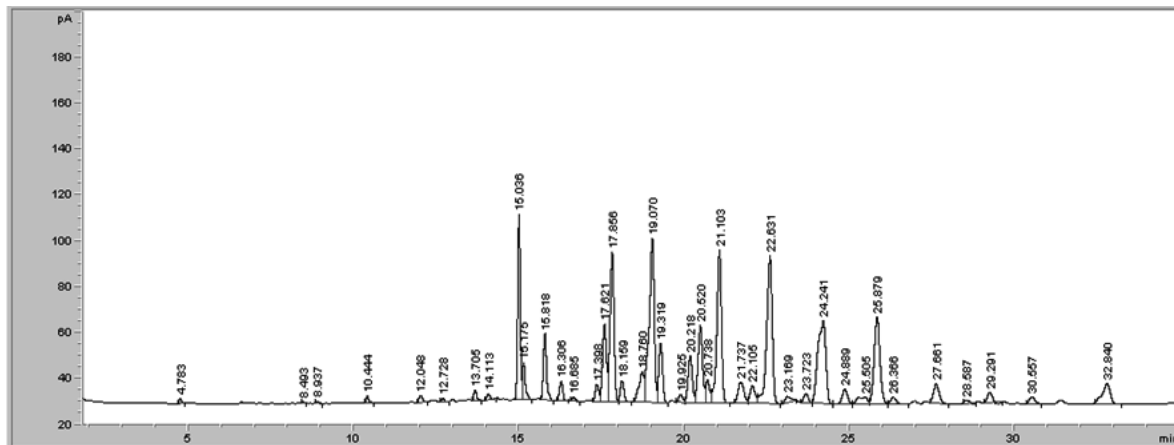


Figura 1. Cromatograma correspondiente al Aroclor 1254

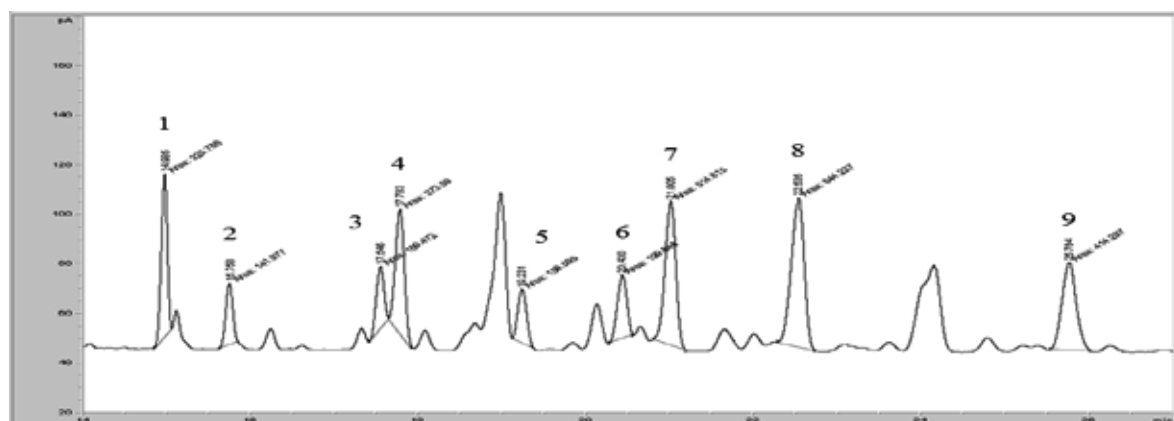


Figura 2. Los nueve picos usados para la calibración (Aroclor 1254, 500 $\mu\text{g/mL}$)

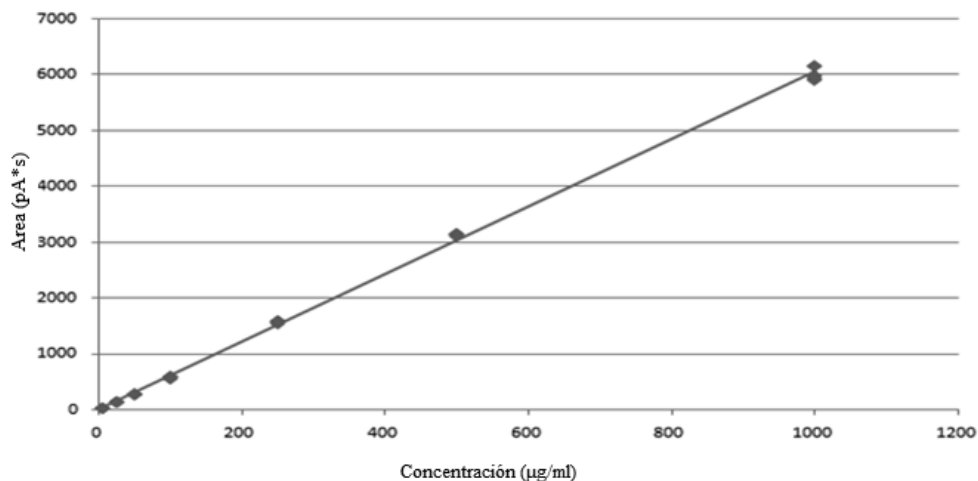


Figura 3. Curva de calibración para el Aroclor 1254.

La Figura 3 muestra la curva de calibración obtenida en función del área total de los picos frente a la concentración del patrón, la cual corresponde a una línea recta cuya ecuación es la siguiente: $y = 6.0916x + 0.0102$ con un coeficiente de correlación (R^2) de 0,9992, lo cual es indicativo de que existe una fuerte relación entre las variables (área y concentración).

Para la verificación estadística de la linealidad de la curva de calibración, se realizó un análisis de los resultados el cual se muestra en la Tabla 1.

El intercepto es de 0.0102 con un error estándar de 12.2849 lo que hace que el intervalo de confianza sea de -24.9048 a 24.9251 que incluye el cero. Por otra parte, para la pendiente cuyo valor es de 6.0916, con un error estándar de 0.0294, el intervalo de confianza está entre 6.03198 a 6.15129, francamente a la derecha del cero, lo que indica que la pendiente es altamente significativa quedando demostrada la linealidad de la curva de calibración. El análisis de varianza demuestra que la regresión lineal es significativa siendo la ecuación del modelo ajustado:

Tabla 1. Valores de los coeficientes a y b de la curva de calibración.

	Coefficientes	Error estándar	T- Student	valor - P	Inferior 95%	Superior 95%
Intercepto	0.0102	12.2849	0.0008269	0.9994	- 24.9048	24.9251
Pendiente	6.0916	0.0294	207.09969	0.0000	6.03198	6.15129

Tabla 2. Movilidad del tiempo de retención.

Congéneres	RTm	CV (%)
1	15.757	0.0037
2	17.547	0.0043
3	17.826	0.0034
4	19.288	0.0043
5	20.492	0.0044
6	21.067	0.0042
7	22.423	0.0042
8	25.850	0.0032
Estándar Interno	14.975	0.2000

Tabla 3. Desviación del RRT de los congéneres incluidos en la curva de calibrado.

Congéneres	Desviación del RRT para las diferentes concentraciones expresadas en µg/mL							
	5	10	25	50	100	250	500	1000
1	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
2	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
3	0.000	0.003	0.003	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
4	0.000	0.000	0.000	0.002	0.000	0.002	0.000	0.004
5	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
6	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
7	0.004	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.002	0.000
8	0.004	-0.003	-0.003	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000

Área = $0.0102 + 6.0916 \times \text{concentración}$

b) Límite de Detección (LoD) y Límite de Cuantificación (LoQ): El límite de detección calculado fue de 17.0 µg/mL y el de cuantificación de 47.9 µg/mL. El primer valor indica que la presencia de los PCBs puede ser detectada por el método utilizado a niveles bajos de concentración y el LoQ indica que sólo hasta un límite de 47.9 µg/mL pueden

ser cuantificados los congéneres de PCBs con un alto nivel de confianza.

c) Estabilidad del tiempo de retención (RT): En la Tabla 3.2 se muestran los resultados de la movilidad del tiempo de retención (MRT). El tiempo de retención medio (RTm) representa la media del RT a la cual eluyen los congéneres seleccionados para el análisis y se muestra el coeficien-

te de variación (CV) de cada una de las determinaciones, que para la mayoría de los congéneres se encuentra por debajo de 0.01% excepto para el pico correspondiente al estándar interno. Storr – Hansen (1993) establece un valor de tolerancia permitida para PCBs de 0.02% y de 1% para el estándar interno debido a la influencia que puedan tener sobre este los picos correspondientes a congéneres menos abundantes. Por tanto, puede decirse que la movilidad del tiempo de retención es estable en la columna. El CV para el estándar interno está por debajo del 1% por lo cual puede ser usado en la determinación de la desviación del RRT. La desviación del RRT debe ser cero o cercana a este valor, diferencias mayores que ± 0.02 implican que el congénere presenta gran movilidad y que además

su cuantificación no es representativa. (Van Hoof y Hsieh, 1996). La Tabla 3 muestra la desviación del RRT de los congéneres incluidos en la curva de calibrado.

A partir de los resultados obtenidos, la desviación del RRT cumple con el criterio fijado ya que los valores mostrados de la desviación son cero o lo suficientemente cercanos a este valor por lo cual se puede decir que la RRT es consistente y muestra una baja movilidad.

d) Precisión (*Repetibilidad en la inyección*). En la Tabla 4 se observa que los valores de cada uno de los picos tomados para la calibración son menores que el 5%, por lo que puede considerarse una buena repetibilidad en la inyección. Valores mayores implicarían serios errores en la determinación de PCBs.

Tabla 4. Resultados de la repetibilidad en la inyección.

TRR	Área, réplica 1 (pA*s)	Área, réplica 2 (pA*s)	Área, réplica 3 (pA*s)	Promedio	Desviación estándar	RSD (%)
1.00	195.2	202.8	192.4	196.8	5.38	2.73
1.05	82.2	83.9	82.4	82.8	0.93	1.12
1.17	86.5	86.7	85.9	86.4	0.42	0.48
1.19	224.3	225.4	212.6	220.8	7.09	3.21
1.28	86.7	93.1	89.5	89.8	3.21	3.57
1.36	115.9	120.7	117.5	118.0	2.44	2.07
1.40	278.0	295.1	277.7	283.6	9.96	3.51
1.50	333.3	355.1	331.8	340.1	13.04	3.83
1.72	196.9	219.4	211.6	209.3	11.42	5.46
Área total	1599.0	1682.2	1601.4	1627.5	47.36	2.91

Tabla 5 Resultados de la evaluación de precisión intermedia.

	Día 1		Día 2		CVtotal (%)
	Área	C (µg/mL)	Área	C (µg/mL)	
500 µg/mL	3107.0	510.18	3163.0	519.4	0.72
	3152.0	516.33	3115.0	511.5	
	3129.3	512.55	3151.5	517.5	
CV(%)	0.80		0.58		

e) Reproducibilidad intermedia. En la tabla 5 se muestran los resultados experimentales obtenidos para la precisión intermedia evaluados por un mismo analista en diferentes días. donde:

$$F_{cal} = 0.565848, F_{tab(2; 0.05)} = 4.303$$

$$G_{cal} = 0.6386, G_{tab(2; 0.05)} = 0.9750$$

Al comparar las medias correspondientes a cada uno de los días se aprecia que se cumple la hipótesis nula: media 1 = media 2

De la comparación de los valores de F obtenidos se evidencia que para un nivel de confianza de un 95% no existen diferencias significativas entre los factores estudiados y que no existe variación del método entre los días, lo que demuestra la buena precisión del mismo.

Teniendo en cuenta el cumplimiento de los criterios evaluados para la repetibilidad en la inyección y la precisión intermedia, la técnica analítica por GC- FID para la determinación de PCBs es precisa en las condiciones estudiadas.

Determinación de PCBs en muestras de aceite de transformador

Las muestras utilizadas para la determinación de PCBs en aceite de transformador fueron suministradas por el Centro de Investigaciones del Petróleo de Cuba (CEINPET). Las concentraciones fueron obtenidas a partir de la curva de calibración.

Las muestras fueron identificadas como Sovtol-10 y la concentración fue de 76.89 g/kg y 64.83 g/kg respectivamente.

CONCLUSIONES

1. Las condiciones cromatográficas establecidas para GC-FID permiten una separación eficiente de los congéneres seleccionados para la calibración, lo cual es corroborado por la poca variabilidad (± 0.003) en la desviación estándar relativa del tiempo de retención.
2. Las características analíticas de la calibración obtenida presenta una linealidad mayor que 99%, con un límite de detección y un límite de cuantificación que permite la identificación y cuantificación de PCBs a concentraciones menores que 17 $\mu\text{g/mL}$ y 47.9 $\mu\text{g/mL}$ respectivamente. El método muestra una buena repetibilidad en la inyección corroborada por una desviación estándar relativa RSD menor que 5 % lo que indica consistencia en las mediciones.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al editor y a los árbitros por sus comentarios, al Proyecto Educación Ambiental y Tecnologías más limpias entre las universidades flamencas de Bélgica y la Universidad Central "Marta Abreu" de Las Villas, Cuba, financiado por el VLIR, y muy especialmente al Dr. Herman Van Langenhove y a los técnicos del laboratorio Amberlab de la Facultad de Bioingeniería de la Universidad de Gante, Bélgica por su contribución en la realización de este trabajo.

BIBLIOGRAFÍA

1. LÓPEZ, E.; DÍEZ, F.; ORDÓNEZ, S. (2001). Contaminación por bifenilos policlorados. Problemática medioambiental y tratamiento. Dpto. De Ingeniería Química y Tecnología del Medio Ambiente. Universidad de Oviedo.
2. UNEP (UNITED NATIONS ENVIRONMENT PROGRAMME). (1999) Guidelines for the Identification of PCBs and Materials Containing PCBs. Chemicals.
 1. <http://www.atsdr.cdc.gov/toxprofiles/tp17-c7.pdf> PCBs. Analytical Methods.
2. RENAN, E., CARL AND GALLARDO, S. (2002). Analysis of Polychlorinated Biphenyls using Gas Chromatography-Electron Capture Detector. HWTM Newsletter, Vol. 4. Salle University, Manila, Philippines.
3. EPA/600/4-81-045. (1982). Test Method: The Determination of Polychlorinated Biphenyls in Transformer Fluid and Waste Oils. U.S. Environmental Protection Agency, Washington, D.C.
4. EPA METHOD 9079. (1996). Screening Test Method for Polychlorinated Biphenyls en transformer oil.
5. Norma CISCOE 03/10/00. (2000). Determinación de Bifenilos Policlorados en Líquidos Aislantes.
6. FINCH, S. (1990). Alternative Methods of PCB Analysis. <http://www.dexsil.com>
7. MAHON, J.; BALOG, D.; LYNN, A., AND LYNN, T. (2002). In-field Screening Techniques for PCBs in Transformer Oil: US-EPA Field Trial Results for the L2000DX Analyzer. Dexsil Corporation, Hamden, CT, USA Presented at the 2002. Meeting of MY TRANSFO in Torino, Italy.
8. ROBLES, H.; CUEVAS, G.; HERNÁNDEZ, D. (2005). Determination of PCBs in Transformers Oil Using Gas

Chromatography with Mass Spectroscopy and Aroclors (A1254:A1260). J. Mex. Chem. Soc. 49(3), 263-270.

9. VAN HOOFF, P.; HSIEH, J. L. (1996). Nat. Oc. Atmosph. Admin, Standard Operation Procedure GLERL-M-501-02.
10. CEMCED. (2007). Regulación No.41-2007. Validación de métodos analíticos, MINSAP. Cuba.
11. STORR-HANSEN, E. (1993). Environmental Analytical Chemistry of PCBs, Vol. 16, Albaigés J., Ed., Gordon and Breach Sci. Pub., Singapore. 24-38.